

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-339032

(43)Date of publication of application : 21.12.1993

(51)Int.Cl.

C03C 17/22

B32B 17/06

C03C 17/38

C03C 27/00

(21)Application number : 03-193625

(71)Applicant : MITSUBISHI CABLE IND LTD

(22)Date of filing : 09.07.1991

(72)Inventor : UJIIE YOSHINORI  
ASANO TATSUO

## (54) SURFACE-MODIFIED GLASS

### (57)Abstract:

PURPOSE: To improve adhesive strength by bonding a surface-modified glass which has been coated with polysilazane and baked to a member such as metal, resin, rubber, wood, ceramic with an adhesive.

CONSTITUTION: The polysilazane having 100 to 1,000,000 number average mol.wt. and shown by the formula (R<sub>3</sub>,...R<sub>5</sub> are H, alkyl, alkenyl, cycloalkenyl, amino, alkylamino, alkylsilyl, alkoxy, etc.) is dissolved in a solvent (e.g. xylene) or used as such. The glass is coated with the polysilazane by dipping, etc. The solvent concn. is adjusted in accordance with the coating method to control the film thickness. High-frequency heating, etc., are used as the heat source for baking the heating rate is controlled to 0.1-50°C/min, and the baking is preferably conducted at 100-500°C. Although various adhesives can be used as an adhesive to bond the obtained surface-reformed glass to the member such as metal, a two-pack acrylic adhesive is cured at room temp. for 24hr when used.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application]

[converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## JP5339032

Publication Title:

JP5339032

Abstract:

Abstract of JP5339032

**PURPOSE:** To improve adhesive strength by bonding a surface-modified glass which has been coated with polysilazane and baked to a member such as metal, resin, rubber, wood, ceramic with an adhesive. **CONSTITUTION:** The polysilazane having 100 to 1,000,000 number average mol.wt. and shown by the formula (R3,...R5 are H, alkyl, alkenyl, cycloalkenyl, amino, alkylamino, alkylsilyl, alkoxy, etc.) is dissolved in a solvent (e.g. xylene) or used as such. The glass is coated with the polysilazane by dipping, etc. The solvent concn. is adjusted in accordance with the coating method to control the film thickness. High-frequency heating, etc., are used as the heat source for baking the heating rate is controlled to 0.1-50 deg.C/min, and the baking is preferably conducted at 100-500 deg.C. Although various adhesives can be used as an adhesive to bond the obtained surface-reformed glass to the member such as metal, a two-pack acrylic adhesive is cured at room temp. for 24hr when used. Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

---

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-339032

(43)公開日 平成5年(1993)12月21日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 C 17/22		7003-4G		
B 3 2 B 17/06				
C 0 3 C 17/38		7003-4G		
27/00		7821-4G		

審査請求 未請求 請求項の数1(全4頁)

(21)出願番号	特願平3-193625	(71)出願人 000003269 三菱電線工業株式会社 兵庫県尼崎市東向島西之町8番地
(22)出願日	平成3年(1991)7月9日	(72)発明者 氏家 喜則 新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地 電気化学工業株式会社青海工場内 (72)発明者 浅野 辰男 新潟県西頸城郡青海町大字青海2209番地 電気化学工業株式会社青海工場内

(54)【発明の名称】 表面改質ガラス

(57)【要約】

【目的】ガラスと、金属、樹脂、ゴム、木材、ガラス、セラミック等の部材とを接着剤により接着する場合、接着力に優れたガラスの提供。

【構成】ポリシラザンを焼成して得られた熱分解物で被覆されてなることを特徴とする表面改質ガラス。



分特に1~10°C/分で、焼成温度が100~500°C特に300~400°Cであることが好ましい。熱源としては、抵抗加熱、高周波加熱等が使用できる。

【0012】焼成雰囲気は、空気等の酸化性ガス、窒素ガス等の不活性ガス及び水素、アンモニア等の還元性ガス、あるいはこれらの混合ガスのいずれであってもよい。焼成前に室温程度で乾燥することは好ましいことである。乾燥後又は焼成後に被覆は繰り返し行ってよい。ポリシラザンの熱分解物は上記焼成雰囲気によって生成する主成分は異なる。不活性ガスや還元性ガスの場合には、S<sub>1</sub>、N<sub>4</sub>、S<sub>1</sub>C及びそれらの混合物又は混晶等の窒化物や炭化物を主成分とする膜が生成するし、一方、酸化性ガスの場合には、S<sub>1</sub>O<sub>2</sub>、S<sub>1</sub>、ON<sub>2</sub>及びそれらの混合物又は混晶等の酸化物、酸窒化物、及びS<sub>1</sub>Cを含む酸炭化物を主成分とする膜が生成する。

【0013】上記によって得られた本発明の表面改質ガラスと、金属、樹脂、ゴム、木材、ガラス、セラミック等の部材とを接着するに使用される接着剤としては、例えばセルロースアセテート、セルロースアセテートブチレート、ニトロセルロース、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリビニルアセタール、ポリビニルアルコール、ポリアミド、アクリル、フェノキシ、シアノアクリレート等の熱可塑性接着剤、例えばポリエステル、ユリア樹脂、メラミン樹脂、レゾルシノール樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド、ポリベンツイミダゾール、アクリル、アクリル酸ジエステル等の熱硬化性接着剤又は紫外線硬化性接着剤、例えば天然ゴム、再生ゴム、ブチルゴム、ポリイソブチレンゴム、ニトリルゴム、スチレン-ブタジエンゴム、ポリウレタンゴム、ポリサルファイドゴム、シリコーンゴム、フッ素ゴム等の弾性接着剤及び例えばエポキシ-フェノリック、エポキシ-ポリサルファイド、エポキシ-ナイロン、ニトリル-フェノリック、クロロブレン-フェノリック、ビニル-フェノリック等のアロイ接着剤があげられる。

#### 【0014】

【実施例】以下、実施例と比較例をあげてさらに具体的に本発明を説明する。

#### 【0015】実施例1~2 比較例1~4

市販のソーダライムガラス(20×20×3mm)を表

1に示す処理剤で表面処理した後、その両面に鋼部材(SS-41 20×20×40mm)を表1に示す接着剤で接着した。

【0016】ここで使用されたペルヒドロポリシラザンとは、上記一般式(1)において、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>、R<sub>5</sub>の全てが水素原子で構成されているものである。ポリシラザンのガラスへの被覆は、キシレン溶媒で希釈した溶液にディッピングすることにより行い、膜厚を0.5μmとした。ディッピング後、管状炉に装入し、窒素雰囲気中、10°C/分の昇温速度で400°Cまで昇温し30分保持による焼成を行ってから室温まで冷却した。

【0017】また、上記表面改質されたガラスと鋼部材との接着は、二液型アクリル系接着剤(電気化学工業株式会社製商品名「ハードロックC-323-03」)を用いた場合には室温で24時間の養生を、一方、二液型ウレタン系接着剤(電気化学工業株式会社製商品名「ハードロックUX-2000S」)を用いた場合には80°Cで3時間後、室温で24時間の養生を行って実施した。

【0018】比較例1は、市販のシランカップリング剤(日本ユニカ株式会社製商品名「A-172」)でガラス表面を処理し、接着剤として二液型アクリル系接着剤を用い、室温で24時間養生した。比較例2は、市販のヘキサメチルジシラザンでガラス表面を処理し、接着剤として二液型アクリル系接着剤を用い、室温で24時間養生した。また、比較例3と比較例4は、未処理ガラスを接着剤として二液型接着剤を用いて鋼部材と接着した。

【0019】得られた接合体について、恒温槽付インストロン引張試験機(モデル1123型)を用い、温度80°C、引張速度1mm/分の条件で抗張力を測定し、また、以下の基準による接着性の肉眼観察を行った。これらの結果を表1に示す。

接着性観察:

凝集破壊; C 界面破壊; A 凝集破壊とガラス破壊; D

#### 【0020】

#### 【表1】

表 1

		ガラスの表面処理剤	接着剤	接着性	抗張力 (kg/cm <sup>2</sup> )
実施例	1	ヒドロシリコンの熱分解物	二液型アクリル系	D	64
	2	ヒドロシリコンの熱分解物	二液型ウレタン系	D	89
比較例	1	市販シランカップリング剤	二液型アクリル系	A	61
	2	市販ヘキサメチルジシラン	二液型アクリル系	A	59
	3	未処理	二液型アクリル系	A	10
	4	未処理	二液型ウレタン系	A	17

## 【0021】

【発明の効果】本発明の表面改質ガラスは、従来のシランカップリング剤等の表面処理剤で処理されたガラスに比べて、金属、樹脂、ゴム、木材、ガラス、セラミック

30

等との部材と接着剤により接着した場合、強力に接着する。本発明の表面改質ガラスは、それ自体をガラス部材として、また、上記のように他の部材と接合して自動車用ガラスや建材等の用途として使用される。